

⑪ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

⑪ N° de publication : 2 811 552
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

⑫ N° d'enregistrement national : 00 09317

⑬ Int Cl⁷ : A 61 K 7/32, A 61 K 7/06, 7/02, 7/48, 7/42, 9/107

⑭

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑮ Date de dépôt : 17.07.00.

⑯ Priorité :

⑰ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 18.01.02 Bulletin 02/03.

⑱ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑲ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑴ Demandeur(s) : L'OREAL Société anonyme — FR.

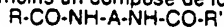
⑵ Inventeur(s) : LIVOREIL AUDE et GENARD SYLVIE.

⑶ Titulaire(s) :

⑷ Mandataire(s) : L'OREAL.

⑸ COMPOSITION NOTAMMENT COSMÉTIQUE OU PHARMACEUTIQUE SE PRÉSENTANT SOUS FORME
SOLIDE.

⑹ La présente demande concerne une composition no-
tamment cosmétique ou pharmaceutique se présentant
sous forme solide, comprenant une phase huileuse et
au moins un composé de formule (I) suivante :



dans laquelle R et R' représentent un atome d'hydrogène ou une chaîne hydrocarbonée; et A représente une chaîne hydrocarbonée.

FR 2 811 552 - A1



La présente invention a trait à une composition solide notamment cosmétique ou pharmaceutique, telle qu'une composition de soin, de traitement et/ou de maquillage de la peau, y compris du cuir chevelu, et/ou des lèvres des êtres humains, ladite composition comprenant une phase grasse liquide épaissie, et se présentant notamment sous forme d'un stick ou bâton de maquillage comme un rouge à lèvres.

Dans les compositions notamment cosmétiques et dermatologiques, il est courant d'utiliser une phase grasse liquide structurée, c'est-à-dire épaissie ou gélifiée, pour obtenir la consistance souhaitée. L'épaississement des huiles (ou des phases liquides à température ambiante) permet en particulier de faciliter la prise du produit hors de son conditionnement sans perte significative, de limiter la diffusion du produit à la zone locale de traitement, de répartir le produit de façon régulière sur la zone locale de traitement ou bien encore de pouvoir utiliser le produit dans des quantités suffisantes pour obtenir l'effet cosmétique ou dermatologique recherché. Ceci est notamment le cas dans les compositions solides comme les déodorants, les baumes et les rouges à lèvres, les produits anti-cerne et les fonds de teint coulés. Cet épaississement est notamment primordial pour les compositions de soin, d'hygiène ou de maquillage comme les rouges à lèvres qui doivent bien se répartir de façon homogène sur la surface locale à traiter ainsi que pour les compositions capillaires qui doivent s'étaler et se répartir de façon régulière le long des fibres kératiniques et ne pas ruisseler sur le front, la nuque, le visage ou dans les yeux.

Pour remédier à ces problèmes, on a habituellement recouru à des cires ou des charges. Malheureusement, ces cires et/ou charges ont tendance à matifier la composition et à la rendre opaque, ce qui n'est pas toujours souhaitable en particulier pour un rouge à lèvres. En effet, les femmes sont toujours à la recherche d'un rouge à lèvres sous forme d'un bâton permettant l'obtention d'un film brillant; par ailleurs, certaines compositions telles que les baumes à lèvres ou les onguents, peuvent se présenter sous forme de sticks translucides, voire transparents.

Il est également connu d'épaissir les huiles avec des épaississants polymériques. Malheureusement, les épaississants d'huiles connus doivent être utilisés en grande quantité pour obtenir un gel de viscosité élevée, par exemple supérieure à 1,3 Pa.s. Or, une trop grande quantité d'épaississant peut conférer à la composition des propriétés cosmétiques inadéquates, notamment un toucher collant et un manque de glissant, ces inconvénients pouvant être très gênants, voire rédhibitoires.

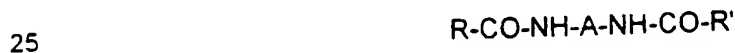
Par ailleurs, il est également connu de gélifier des compositions, notamment cosmétiques, en utilisant un gélifiant de type tri-alkyl,tri-(alkylaminocarbonyl)-cyclohexane. Ces gélifiants permettent d'améliorer la stabilité des compositions les comprenant. Toutefois, les gels obtenus sont, une fois encore, peu transpa-

rents. De plus, une grande partie de ces gélifiants ne permet pas la gélification des milieux huileux siliconés.

- Enfin, il est connu d'épaissir des compositions cosmétiques à l'aide de dérivés diamidés, notamment dans les documents JP7/138555 et JP10/237034. Toutefois, les compositions cosmétiques décrites dans cet art antérieur comprennent toutes une quantité importante de cires (cire d'abeille, ozokérite ou acide hénadécanoïque notamment). La structuration et gélification du stick ne se fait donc pas uniquement grâce aux composés diamidés mais également grâce aux cires. Or l'utilisation de quantité importante de cires présente certains inconvénients, notamment en terme de matité ou d'opacité de la composition finale ainsi préparée. De plus, il n'est pas possible d'incorporer des huiles siliconées en quantité importante dans une composition comprenant par ailleurs des cires classiques.

- La présente invention a pour but de proposer l'obtention d'une composition notamment cosmétique, se présentant sous forme solide, et comprenant de préférence peu, voire pas, de cires, tout en étant susceptible, d'une part, de conserver de bonnes propriétés cosmétiques, et notamment une certaine translucidité, voire transparence, et d'autre part, de comprendre des huiles de silicone, notamment en

- L'invention a donc pour objet une composition notamment cosmétique ou pharmaceutique se présentant sous forme solide, comprenant une phase huileuse et au moins un composé de formule (I) suivante :



dans laquelle :

- R et R', identique ou différents, représentent un atome d'hydrogène ou une chaîne hydrocarbonée saturée ou insaturée, linéaire, ramifiée ou cyclique, comprenant 1 à 22 atomes de carbone, notamment 6-18 atomes de carbone, éventuellement substituée par un ou plusieurs groupements choisis parmi les groupements aryle ($-\text{C}_6\text{H}_5$), ester ($-\text{COOR}''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone), amide ($-\text{CONHR}''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone), uréthane ($-\text{OCONHR}''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone), urée ($-\text{NHCONHR}''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone); et/ou éventuellement comprenant 1 à 3 hétéroatomes choisis parmi O, S et N; et/ou éventuellement substituée par 1 à 4 atomes d'halogènes, notamment de fluor et/ou par 1 à 3 radicaux hydroxy, à la condition que R et/ou R' soit différent de l'hydrogène, et
- A représente une chaîne hydrocarbonée, saturée ou insaturée, linéaire, cyclique ou ramifiée, ayant 1 à 18 atomes de carbone, notamment 2 à 12 atomes de carbone, éventuellement substitué par un ou plusieurs groupements choisis parmi les groupements aryle ($-\text{C}_6\text{H}_5$), ester ($-\text{COOR}''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de car-

bone), amide (-CONHR" avec R" ayant 2 à 12 atomes de carbone), uréthane (-
 OCONHR" avec R" ayant 2 à 12 atomes de carbone), urée (-NHCONHR" avec R"
 ayant 2 à 12 atomes de carbone); et/ou éventuellement comprenant 1 à 3 hétéro-
 atomes choisis parmi O, S et N; et/ou éventuellement substituée par 1 à 4 ato-
 mes d'halogènes, notamment de fluor et/ou par 1 à 3 radicaux hydroxy.

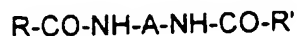
On a en effet constaté que l'utilisation des composés de formule (I) permet de
 structurer et d'épaissir fortement les phases grasses liquides (ou huileuses), voire
 de les gélifier complètement, et ainsi d'obtenir des compositions cosmétiques sta-
 bles sous forme gélifiée solide, présentant des propriétés cosmétiques satisfai-
 santes. Ces compositions peuvent même être exemptes de cires tout en conser-
 vant leur rigidité et leurs bonnes propriétés cosmétiques. Par ailleurs, la phase
 grasse liquide peut être gélifiée même si elle comprend une quantité importante
 d'huiles de silicone.

La composition selon l'invention présente de bonnes propriétés cosmétiques : elle
 n'est pas collante lors de l'application et est glissante et facile à appliquer. Elle
 permet l'obtention d'un film homogène et uniforme, couvrant et confortable à por-
 ter.

De plus, la composition peut avantageusement être claire, transparente ou tran-
 slucide. On entend par là la définition classique donnée dans le dictionnaire. Ainsi,
 une composition translucide laisse passer la lumière sans permettre toutefois d'
 distinguer nettement les contours des objets. Une composition transparente se
 laisse aisément traverser par la lumière et permet de distinguer nettement les ob-
 jets à travers son épaisseur.

D'une manière générale, une composition transparente aura une valeur de trans-
 mittance maximum de la lumière, quelque soit la longueur d'onde comprise entre
 400 et 800 nm, à travers un échantillon de 1 cm d'épaisseur, comprise entre 35%
 et 100%, et de préférence d'au moins 50% (voir EP291334). Une composition
 translucide aura, quant à elle, une valeur de transmittance maximum de la lumière
 comprise entre 2 et 35%. La transmittance peut être mesurée en plaçant un
 échantillon de 1 cm d'épaisseur dans le rayon lumineux d'un spectrophotomètre
 travaillant dans les longueurs d'onde du spectre lumineux.

La composition selon l'invention comprend donc au moins un composé corres-
 pondant à la formule (I) suivante :



dans laquelle :

- R et R', identique ou différents, représentent un atome d'hydrogène ou une
 chaîne hydrocarbonée saturée ou insaturée, linéaire, ramifiée ou cyclique, com-
 prenant 1 à 22 atomes de carbone, notamment 6-18 atomes de carbone, éven-

- tuellement substituée par un ou plusieurs groupements choisis parmi les groupements aryle ($-C_6H_5$), ester ($-COOR''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone), amide ($-CONHR''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone), uréthane ($-OCONHR''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone), urée ($-NHCONHR''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone); et/ou éventuellement comprenant 1 à 3 hétéroatomes choisis parmi O, S et N; et/ou éventuellement substituée par 1 à 4 atomes d'halogènes, notamment de fluor et/ou par 1 à 3 radicaux hydroxy, à la condition que R et/ou R' soit différent de l'hydrogène,
- et
- 10 - A représente une chaîne hydrocarbonée, saturée ou insaturée, linéaire, cyclique ou ramifiée, ayant 1 à 18 atomes de carbone, notamment 2 à 12 atomes de carbone, éventuellement substitué par un ou plusieurs groupements choisis parmi les groupements aryle ($-C_6H_5$), ester ($-COOR''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone), amide ($-CONHR''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone), uréthane ($-OCONHR''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone), urée ($-NHCONHR''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone); et/ou éventuellement comprenant 1 à 3 hétéroatomes choisis parmi O, S et N; et/ou éventuellement substituée par 1 à 4 atomes d'halogènes, notamment de fluor et/ou par 1 à 3 radicaux hydroxy.
- 20 Par chaîne hydrocarbonée insaturée, on entend une chaîne qui comprend au moins une double liaison $C=C$, ou au moins une triple liaison $C\equiv C$, ladite chaîne pouvant bien entendu éventuellement en outre être substituée par un ou plusieurs groupements choisis parmi les groupements aryle, ester, amide, uréthane, urée; et/ou comprendre éventuellement un ou plusieurs hétéroatomes
- 25 choisi parmi O, S et N; et/ou éventuellement être substituée par un ou plusieurs atomes de fluor et/ou radicaux hydroxy.
- Par chaîne hydrocarbonée comprenant un atome d'oxygène, de soufre ou d'azote, on entend notamment une chaîne hydrocarbonée comprenant un groupement
- 30 carbonyle ($-C=O$), aminé ($-NH_2$ ou $-NH-$), thiol ($-SH$), thioéther ou éther.

De préférence, les composés répondent à la formule (I) dans laquelle :

1/

- 35 - A représente un cycle hydrocarboné, saturé ou insaturé mais non aromatique, éventuellement ramifié, ayant 4 à 12 atomes de carbone, notamment 5 à 7 atomes de carbone, éventuellement substitué par les substituants ci-dessus cités et/ou éventuellement comprenant 1 ou plusieurs hétéroatomes et/ou éventuellement substituée par 1 ou plusieurs halogènes et/ou radicaux hydroxy;
- 40 - R et R', identique ou différents, représentent un atome d'hydrogène ou une chaîne hydrocarbonée saturée ou insaturée, linéaire, ramifiée ou cyclique, de préférence saturée linéaire, comprenant 10 à 16 atomes de carbone, notamment 12 à 14 atomes de carbone;
- ou

2/

- A r présente une chaîne hydrocarbonée saturée, linéaire ou ramifiée, ayant 2 à 18 atomes de carbone, notamment 3 à 12 atomes de carbone, éventuellement substituée par les substituants ci-dessus cités, et/ou éventuellement comprenant 1

5 ou plusieurs hétéroatomes et/ou éventuellement substituée par 1 ou plusieurs halogènes et/ou radicaux hydroxy;

- R et R', identique ou différents, représentent un atome d'hydrogène ou une chaîne hydrocarbonée saturée ou insaturée, linéaire, ramifiée ou cyclique, de

10 préférence saturée linéaire, comprenant 12 à 20 atomes de carbone, notamment 14 à 18, voire 16, atomes de carbone;

ou encore

3/

- A représente un cycle aryle ou aralkyle ayant 4 à 12 atomes de carbone, notamment 5 à 8 atomes de carbone, éventuellement substitué par les substituants

15 ci-dessus cités et/ou éventuellement comprenant 1 ou plusieurs hétéroatomes et/ou éventuellement substituée par 1 ou plusieurs halogènes et/ou radicaux hydroxy;

- R et R', identique ou différents, représentent un atome d'hydrogène ou une chaîne hydrocarbonée saturée ou insaturée, linéaire, ramifiée ou cyclique, de

20 préférence saturée linéaire, comprenant 6 à 18 atomes de carbone, notamment 10 à 16 atomes de carbone.

Notamment, le radical A peut représenter un radical divalent de type cyclohexylène, éthylène, propylène, isopropylène, butylène, isobutylène, pentylène, hexylène, dodécylène, dodécanylène, benzylène, phénylène, méthyl-phénylène, bis-phénylène ou naphthalène.

25

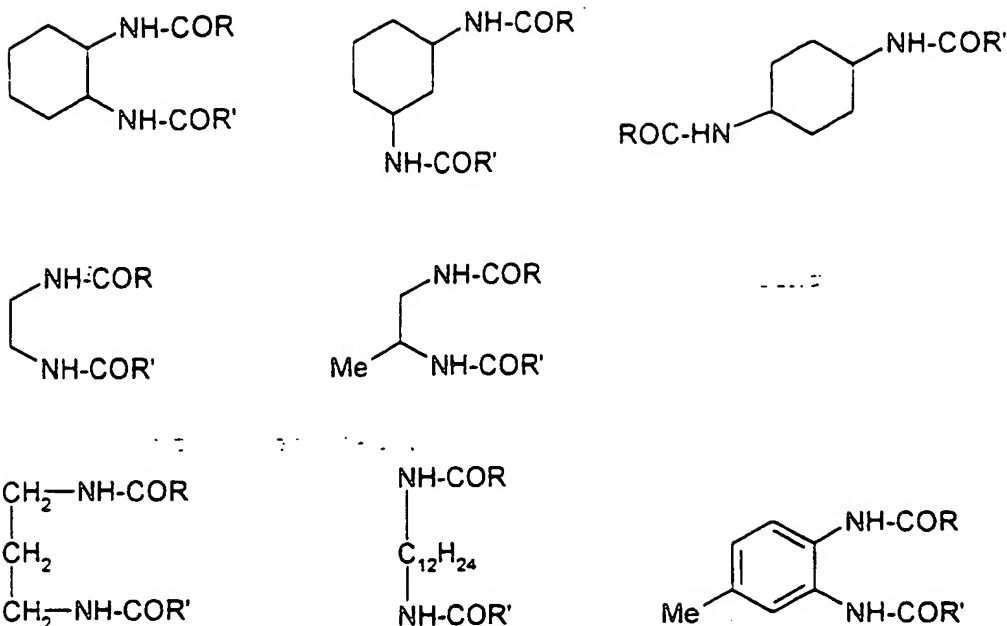
Les radicaux R et R' peuvent, indépendamment l'un de l'autre, être choisis parmi les radicaux pentyle, hexyle, décyle, undécyle, dodécyle, pentadécyle, hexadécyle, heptadécyle, octadécyle, 3-dodécyloxypropionyle, 3-octadécyloxypropionyle, 3-dodécyloxypentyle, 3-octadécyloxypentyle, 11-hydroxyheptadécyle.

30

Lorsque le radical A est cyclique, les radicaux R-CO-NH- et R'-CO-NH- peuvent être en position ortho, méta ou para.

35 Par ailleurs, ils peuvent être en position cis ou trans l'une par rapport à l'autre.

Préférentiellement, les composés de formule (I) sont choisis parmi les composés répondant à l'une des formules suivantes :



dans laquelle R et R' ont les mêmes significations que ci-dessus.

10

Parmi les composés susceptibles d'être employés dans le cadre de l'invention, on peut citer :

- l'acide (2-dodecanoylamino-cyclohexyl)-amide dodécanoïque
- l'acide (3-dodecanoylamino-cyclohexyl)-amide dodécanoïque
- 15 - l'acide (4-dodecanoylamino-cyclohexyl)-amide dodécanoïque
- l'acide (2-dodecanoylamino-éthyl)-amide dodécanoïque
- l'acide (2-dodecanoylamino-2-méthyl-éthyl)-amide dodécanoïque
- l'acide (2-dodecanoylamino-propyl)-amide dodécanoïque
- l'acide (2-dodecanoylamino-dodécyl)-amide dodécanoïque
- 20 - l'acide (2-dodecanoylamino-4-méthyl-phenyl)-amide dodécanoïque.

Les composés de formule (I) peuvent être préparés selon des procédés bien connus de l'homme du métier.

25

Ils sont de préférence présents dans la composition en une quantité aisément déterminable par l'homme du métier en fonction de l'effet recherché, et qui peut être comprise entre 1 et 40% en poids, par exemple entre 2 et 15% en poids par rapport au poids total de la composition, et encore mieux entre 4 et 12% en poids, voire entre 5 et 10% en poids.

30

On a par ailleurs constaté que même l'utilisation d'une faible quantité de composés de formule (I), par exemple de l'ordre de 2-6% en poids, pouvait conduire à une gélification adéquate de la composition selon l'invention. Ceci est dû à un fort pouvoir épaississant des composés de formule (I), qui leur permet d'être efficace à

faible concentration, de l'ordre de 4-8% en poids, alors qu'il serait nécessaire d'utiliser 10-20% en poids de gélifiants usuels pour obtenir un résultat équivalent.

- Sans être tenu par la présente explication, on a constaté que la structuration, ou gélification, des huiles grâce aux composés de formule (I) pouvait être due à la formation d'amoncellements sous forme de colonnes des molécules de composés de formule (I), d'où la constitution d'un réseau de fibres ou feuillets, constitué par lesdits composés de formule (I) et par les huiles, ledit réseau ne diffractant pas la lumière, d'où une certaine translucidité, voire transparence.

- 10 Les composés de formule (I) peuvent notamment être employés, seul ou en mélange, dans une composition qui comprend un milieu physiologiquement acceptable, notamment dans une composition cosmétique qui comprend donc par ailleurs un milieu cosmétiquement acceptable.

- 15 Ce milieu physiologiquement acceptable, ses constituants, leur quantité, la forme galénique de la composition et son mode de préparation, peuvent être choisis par l'homme du métier sur la base de ses connaissances générales en fonction du type de composition recherchée.

- 20 Généralement, la composition selon l'invention comprend, dans une phase huileuse, au moins une huile, corps gras liquide à température ambiante (25°C), cosmétiquement ou dermatologiquement acceptable.

Ces huiles peuvent être des huiles hydrocarbonées et/ou siliconées et/ou fluorées. Elles peuvent être d'origine animale, végétale, minérale ou synthétique.

On peut en particulier citer :

- 25 - les huiles hydrocarbonées d'origine animale telles que le perhydrosqualène ;
 - les huiles hydrocarbonées végétales telles que les triglycérides liquides d'acides gras de 4 à 10 atomes de carbone comme les triglycérides des acides heptanoïque ou octanoïque; les huiles de tournesol, de maïs, de soja, de courge, de pépins de raisin, d'arachide, d'amande douce, de calophyllum, de palme, de sésame, d'noisette, d'abricot, de macadamia, de ricin, d'avocat; les triglycérides des acides caprylique/caprique comme ceux vendus par la société Stearineries Dubois ou ceux vendus sous les dénominations Miglyol 810, 812 et 818 par la société Dynamit Nobel; l'huile de jojoba, de beurre de karité ;
- 30 - les hydrocarbures linéaires ou ramifiés, d'origine minérale ou synthétique tels que les huiles de paraffine et leurs dérivés, la vaseline, les polydécènes, l'huile de Purcellin, le polyisobutène hydrogéné tel que le parléam ;
- 35 - les esters et les éthers de synthèse notamment d'acides gras comme les huiles de formule R_3COOR_4 dans laquelle R_3 représente le reste d'un acide gras supérieur comportant de 7 à 29 atomes de carbone et R_4 représente une chaîne hydrocarbonée contenant de 3 à 30 atomes de carbone comme par exemple l'huile de Purcellin, le myristate d'isopropyle, le palmitate d'éthyl-2hexyle, le stéarate d'octyl-2-dodécyle, l'érucate d'octyl-2-dodécyle, l'isostéarate d'isostéaryle ; les esters hydroxylés comme l'isostéaryl lactate, l'octylhydroxystéarate, l'hydroxystéarate
- 40

d'octyldodécyle, le diisostéarylmalate, le citrate de triisocétyle, des heptanoates, octanoates, décanoates d'alcools gras ; des esters de polyol comme le dioctanoate de propylène glycol, le diheptanoate de néopentylglycol, le diisononanoate de diéthylèneglycol ; et les esters du pentaérythritol ;

- 5 - des alcools gras ayant de 12 à 26 atomes de carbone comme l'octyldodécanol, le 2-butyloctanol, le 2-hexyldécanol, le 2-undécylpentadécanol, l'alcool oléique ;
- les huiles fluorées partiellement hydrocarbonées et/ou siliconées ;
- les huiles siliconées comme les polyméthylsiloxanes (PDMS) volatiles ou non, linéaires ou cycliques ; les alkyl diméthicones ; les silicones modifiées par des grou-
- 10 pements aliphatiques et/ou aromatiques, éventuellement fluorés, ou par des groupements fonctionnels tels que des groupements hydroxyles, thiols et/ou amines ; les huiles siliconées phénylées telles que les polyphénylméthylsiloxanes ou les phényltriméthicones.
- leurs mélanges.

15

Les huiles employées peuvent être volatiles et/ou non volatiles. Par huile volatile, on entend une huile susceptible de s'évaporer à température ambiante d'un support sur lequel elle a été appliquée, autrement dit une huile ayant une tension de vapeur mesurable à 25°C et 1 atmosphère, par exemple supérieure à 0 Pa, en

20

particulier allant de 10^{-3} à 300 mm de Hg (0,13 Pa à 40.000 Pa).

On peut notamment citer les huiles siliconées volatiles, telles que les silicones volatiles cycliques ou linéaires, et les cyclocopolymères. On peut également citer les huiles volatiles hydrocarbonées telles que les isoparaffines, et les huiles fluorées volatiles.

25

Dans un mode de réalisation particulier, les huiles volatiles peuvent constituer la majeure partie de la phase huileuse. Ainsi, elles peuvent y être présentes à raison d'au moins 50% en poids, notamment au moins 75% en poids, voire 100% en poids, de ladite phase huileuse.

30

Dans un autre mode préféré de réalisation, la phase huileuse peut comprendre des huiles de silicone, notamment en quantité importante de l'ordre de 40-80% en poids de la phase huileuse, en particulier de l'ordre de 60-75% en poids ; la phase huileuse peut également comprendre 100% en poids d'huile siliconée, tout n

restant parfaitement stable et solide.

Les huiles peuvent être présentes dans la composition à raison de 5 à 99% en

35

poids du poids total de la composition, de préférence de 20 à 75% en poids.

La composition selon l'invention se présente préférentiellement sous forme solide. On entend par là qu'on n'observe aucun affaissement de la composition en dehors du récipient la comprenant, en l'absence de stimulation mécanique ou thermique

40

(chauffage notamment).

La composition présente un comportement viscoélastique classique d'un comportement de type solide.

Par ailleurs, la dureté de la composition selon l'invention est de préférence telle que la composition est autoportée et peut se déliter aisément pour former un dépôt satisfaisant sur la peau et les lèvres. Cette dureté peut être comprise entre 0,04 N et 3 N, de préférence entre 0,1 et 2,5 N, notamment entre 0,2 et 2N. Cette dureté peut être mesurée selon une méthode de pénétration d'une sonde dans la-
5 dite composition et en particulier à l'aide d'un analyseur de texture (par exemple TA-XT2 de chez Rhéo) équipé d'un cône en acrylique d'angle au sommet de 45°. La mesure de dureté est effectuée à 22°C au centre de 5 échantillons de ladite composition selon la méthode décrite dans les exemples.

10 De manière avantageuse, cette composition comprend peu, voire pas, de cire, tout en conservant une solidité/rigidité/dureté adéquate. On entend par là que la composition comprend moins de environ 5% en poids de cire, par rapport au poids total de la composition, de préférence moins de 2% en poids, voire moins de 0.5% en poids de cire. Préférentiellement, la composition ne contient pas de cires (soit 0%).

Une cire, au sens de la présente invention, est un composé gras lipophile, solide à température ambiante (environ 25°C), à changement d'état solide/liquide réversible, ayant une température de fusion supérieure à environ 40°C pouvant aller jus-
20 qu'à 200°C, et présentant à l'état solide une organisation cristalline anisotrope.

Les cires, au sens de la demande, sont celles généralement utilisées dans les domaines cosmétique et pharmaceutique.

Elles sont notamment naturelles d'origine animale, végétale ou minérale, comme la cire d'abeilles, la cire de Montan, la cire de Carnauba, la cire de Candellila, la
25 cire de Chine, la cire de lin, la cire de sapin, la cire de coton, la cire d'Ouricoury, la cire de lignite, la cire de son de riz, la cire de canne à sucre, la cire du Japon, la cire de fibres de liège.

On peut également citer les cires de paraffine, les cires microcristallines, la cire de lanoline, les ozokérites, les huiles hydrogénées ayant une température de fusion
30 supérieure à environ 40°C comme l'huile de jojoba hydrogénée, les cires de polyéthylène issues de la polymérisation de l'éthylène, les cires obtenues par synthèse de Fischer-Tropsch, les esters d'acide gras et les glycérides ayant une température de fusion supérieure à environ 40°C, les cires de silicone comme les alkyle, alcoxy et/ou esters de poly(di)méthylsiloxane solide à 40°C.

35 La composition selon l'invention peut comprendre par ailleurs les constituants usuellement utilisés dans le type d'application envisagé.

Elle peut comprendre un ou plusieurs solvants organiques, notamment choisis parmi :

- 40 - les cétones liquides à température ambiante tels que méthyléthylcétone, méthylisobutylcétone, diisobutylcétone, l'isophorone, la cyclohexanone, l'acétone ;
- les alcools liquides à température ambiante tels que l'éthanol, l'isopropanol, le diacétone alcool, le 2-butoxyéthanol, le cyclohexanol ;

- les glycols liquides à température ambiante tels que l'éthylène glycol, le propylène glycol, le pentylène glycol ;
- les éthers de propylène glycol liquides à température ambiante tels que le monométhyléther de propylène glycol, l'acétate de monométhyléther de propylène glycol, le mono n-butyl éther de dipropylène glycol ;
- les esters à chaîne courte (ayant de 3 à 8 atomes de carbone au total) tels que l'acétate d'éthyle, l'acétate de méthyle, l'acétate de propyle, l'acétate de n-butyle, l'acétate d'isopentyle ;
- les éthers liquides à température ambiante tels que le diéthyléther, le diméthyléther ou le dichlorodiéthyléther ;
- les alcanes liquides à température ambiante tels que le décane, l'heptane, le dodécane, le cyclohexane ;
- les composés cycliques aromatiques liquides à température ambiante tels que le toluène et le xylène ;
- les aldéhydes liquides à température ambiante tels que le benzaldéhyde, l'acétaldéhyde.

Il est en outre possible d'incorporer dans la composition selon l'invention une phase hydrophile, notamment en une quantité de 0-10% en poids par rapport au poids total de la composition, et mieux de 1-5% en poids, pouvant comprendre des actifs hydrophiles et/ou des gélifiants hydrophiles. Elle peut notamment comprendre des hydratants tels que la glycérine.

Avantageusement, la composition comprend une matière colorante qui peut être choisie parmi les colorants lipophiles, les colorants hydrophiles, les pigments et les nacres habituellement utilisés dans les compositions cosmétiques ou dermatologiques, et leurs mélanges. Cette matière colorante est généralement présente à raison de 0,01 à 40% du poids total de la composition, de préférence de 5 à 25% en poids.

Ainsi, la composition peut comprendre une phase particulière, généralement présente à raison de 0-30% en poids, de préférence 0-20% en poids, et qui peut comprendre des pigments et/ou des nacres et/ou des charges habituellement utilisés dans les compositions cosmétiques. Par pigments, il faut comprendre des particules blanches ou colorées, minérales ou organiques, destinées à colorer et/ou opacifier la composition. Par charges, il faut comprendre des particules incolores ou blanches, minérales ou de synthèse, lamellaires ou non lamellaires, destinées à donner du corps ou de la rigidité à la composition, et/ou de la douceur, de la matité et de l'uniformité au maquillage. Par nacres, il faut comprendre des particules irisées qui réfléchissent la lumière.

Les pigments peuvent être blancs ou colorés, minéraux et/ou organiques, de taille micrométrique ou nanométrique. On peut citer, parmi les pigments minéraux, les dioxydes de titane, de zirconium ou de cérium, ainsi que les oxydes de zinc, de fer

ou de chrome, le bleu ferrique. Parmi les pigments organiques, on peut citer le noir de carbone, et les laques de baryum, strontium, calcium, aluminium.

Parmi les nacres envisageables, on peut citer le mica recouvert d'oxyde de titane, d'oxyde de fer, de pigment naturel ou d'oxychlorure de bismuth ainsi que le mica

5 titane coloré.

Les charges peuvent être minérales ou de synthèse, lamellaires ou non lamellaires. On peut citer le talc, le mica, la silice, le kaolin, les poudres de Nylon et de polyéthylène, le Téflon, l'amidon, le micatitane, la nacre naturette, le nitrure de bore, les microsphères telles que l'Expancel (Nobel Industrie), le polytrap (Dow

10 Corning) et les microbilles de résine de silicone (Tospearls de Toshiba, par exemple).

La composition selon l'invention peut comprendre en outre tout additif usuellement utilisé dans le domaine considéré, notamment le domaine cosmétique, tel que des

15 antioxydants, des parfums, des colorants, des huiles essentielles, des conservateurs, des actifs cosmétiques, des vitamines, des acides gras essentiels, des sphingolipides, des composés auto-bronzants tels que la DHA, des filtres solaires, des tensioactifs, des polymères. Ces additifs peuvent être présents dans la composition à raison de 0-10% en poids.

20 Bien entendu l'homme du métier veillera à choisir ce ou ces éventuels composés complémentaires, et/ou leur quantité, de manière telle que les propriétés avantageuses de la composition selon l'invention ne soient pas, ou substantiellement pas, altérées par l'adjonction envisagée.

25 Les compositions selon l'invention sont destinées à être appliquées sur la peau du visage et du corps, sur les muqueuses et/ou sur les fibres kératiniques telles que les ongles, les cils ou les cheveux.

Elles peuvent se présenter sous toutes les formes galéniques envisageables, telles que gel huileux, comprenant éventuellement de l'eau, solide ou souple; émulsion

30 solide ou gélifiée, huile-dans-eau, eau-dans-huile ou multiple; dispersion d'huile dans l'eau; système multiphasés notamment biphasé. Elles peuvent avoir l'aspect d'une crème, d'une pommade, d'une pâte souple, d'un onguent, d'un solide coulé ou moulé et notamment d'un stick.

Elles peuvent notamment se présenter sous forme de stick ou de coupelle; et en

35 particulier sous forme d'un gel rigide anhydre transparent, et plus spécialement sous forme de stick anhydre translucide ou transparent.

La gélification de l'huile est telle que l'on peut obtenir une structure rigide sous forme d'un bâton ou d'un stick. Ces bâtons lorsqu'ils sont colorés permettent, après application, d'obtenir un dépôt homogène en couleur.

40

Ces compositions trouvent notamment une application comme composition d'hygiène corporelle, par exemple sous forme de sticks déodorants; comme composition capillaire, par exemple comme stick de coiffage ou stick de maquillage

- des cheveux; comme composition de maquillage de la peau du visage ou du corps, ou des muqueuses, par exemple comme rouge à lèvres, fond de teint coulé en stick ou en coupelle, fard à joues ou paupières, base fixante à appliquer sur un rouge à lèvres classique, stick anti-cernes, brillant à lèvres, eye-liner, mascara,
- 5 produits de tatouage éphémère; comme composition de soin de la peau ou des muqueuses, par exemple comme baume ou base de soin pour les lèvres, onguent pour le corps, crème de soin journalier; comme composition solaire ou auto-bronzante.
- 10 Ces compositions trouvent une application toute particulière comme composition de maquillage ou de soin non transfert, notamment comme rouge à lèvres ou fond de teint.

L'invention est illustrée plus en détail dans les exemples suivants.

15

Méthode de mesure de la dureté des sticks

- La dureté est mesurée à l'aide d'un analyseur de texture TA-XT2 (société Rhéo), à 22°C, en utilisant un cône lisse en acrylique, d'angle au sommet 45° et de hauteur totale supérieure à la distance de pénétration. Le cône pénètre à l'intérieur d
- 20 l'échantillon d'une distance de 5 mm, à une vitesse de 2 mm/s. Il est ensuite maintenu immobile pendant 300 s, puis retiré de l'échantillon à une vitesse de 2 mm/s. La force exercée par l'échantillon sur le corps de mesure est enregistrée en continu. La force maximale est détectée à la fin de la phase de pénétration. Cette valeur de force reflète la dureté de l'échantillon.

25

Méthode de mesure de la transparence ou la translucidité des sticks

- La mesure de la transparence ou de la translucidité est effectuée par mesure de la transmittance, soit le pourcentage de lumière transmise à travers un échantillon donné, dans le domaine des longueurs d'onde correspondant au domaine visible,
- 30 soit entre 400 et 900 nm.
- Cette transmittance est mesurée en continu au travers d'un échantillon d'huile épaissie, placé dans une cuve de verre de chemin optique 1 cm, par différenc avec un échantillon dit de référence contenant la même huile pure.
- L'instrument de mesure est un spectrophotomètre PERKIN-ELMER Lambda UV-
- 35 Vis.
- La composition étudiée (composé dans l'huile) est chauffée jusqu'à ce qu'elle soit sous forme d'un fluide homogène et est versée directement dans la cuve de mesure. La cuve est maintenue à température ambiante jusqu'au refroidissement de son contenu. On place ensuite la cuve dans l'appareil, la cuve de référence contenant de l'huile pure étant également placée dans l'appareil.
- 40 On mesure la transmittance entre 400 et 900 nm.

Préparati n-type des comp sés

On dissout la diamine et deux équivalents de triéthylamine dans 50 ml de tétrahydrofuranne. On ajoute deux équivalents de chlorure d'acyle en solution dans le THF, on chauffe le mélange réactionnel au reflux du tétrahydrofuranne en suivant
5 la disparition du chlorure d'acyle par spectroscopie infra-rouge (le plus classiquement, deux heures).

On filtre la solution du précipitat, on concentre la phase organique et on réalise une extraction liquide/liquide du composé solide obtenu. La phase organique est ensuite séchée puis concentrée et le produit solide obtenu est recristallisé.

10

Exemple 1

On prépare selon le procédé ci-dessus décrit un composé correspondant à la formule (I) dans laquelle les deux radicaux R et R' représentent une chaîne saturée
15 linéaire à 12 atomes de carbone, le radical A est un cycle saturé à 6 atomes de carbone, et les radicaux RCONH et RCONH' sont en position ortho trans.

On mélange sous agitation, à température ambiante :

- 200 mg de composé et
 - 20 - 10 ml de paraffine fluide,
- soit un mélange à 2% en composé.

Le mélange est chauffé à 120°C sous agitation, jusqu'à homogénéisation. Il devient alors transparent, homogène et fluide. On laisse alors le mélange homogène refroidir lentement jusqu'à température ambiante.

- 25 On obtient alors une composition translucide, solide et dure, qui ne s'affaisse pas en dehors du récipient, en l'absence de toute stimulation mécanique ou thermique. Cette composition peut être étalée par simple pression et permet l'obtention d'un film huileux et homogène.

- 30 On mesure la dureté du stick et on obtient le résultat suivant : 0,329 N.
On mesure la transparence du stick : la transmittance varie de manière continue quasi-linéaire, de 3,7% à 400 nm à 38% à 900 nm (valeur maximale). Ceci correspond bien à une composition translucide

35 **Exemple 2**

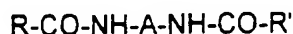
On mélange sous agitation, à température ambiante :

- 200 mg de composé préparé à l'exemple 1, et
 - 10 ml d'ester gras,
- 40 soit un mélange à 2% en composé.

Le mélange est chauffé à 120°C sous agitation, jusqu'à homogénéisation. Il devient alors transparent, homogène et fluide. On laisse alors le mélange homogène refroidir lentement jusqu'à température ambiante.

REVENDECATIONS

1. Composition notamment cosmétique ou pharmaceutique se présentant sous
 5 forme solide, comprenant une phase huileuse et au moins un composé de formule
 (I) suivante :



dans laquelle :

- 10 - R et R', identique ou différents, représentent un atome d'hydrogène ou une
 chaîne hydrocarbonée saturée ou insaturée, linéaire, ramifiée ou cyclique, com-
 prenant 1 à 22 atomes de carbone, notamment 6-18 atomes de carbone, éven-
 tuellement substituée par un ou plusieurs groupements choisis parmi les groupe-
 15 ments aryle ($-\text{C}_6\text{H}_5$), ester ($-\text{COOR}''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone),
 amide ($-\text{CONHR}''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone), uréthane ($-\text{OCONHR}''$
 avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone), urée ($-\text{NHCONHR}''$ avec R''
 ayant 2 à 12 atomes de carbone); et/ou éventuellement comprenant 1 à 3 hété-
 roatomes choisis parmi O, S et N; et/ou éventuellement substituée par 1 à 4 ato-
 20 mes d'halogènes, notamment de fluor et/ou par 1 à 3 radicaux hydroxy,
 à la condition que R et/ou R' soit différent de l'hydrogène,
 et
 - A représente une chaîne hydrocarbonée, saturée ou insaturée, linéaire, cyclique
 ou ramifiée, ayant 1 à 18 atomes de carbone, notamment 2 à 12 atomes de car-
 25 bone, éventuellement substitué par un ou plusieurs groupements choisis parmi les
 groupements aryle ($-\text{C}_6\text{H}_5$), ester ($-\text{COOR}''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de car-
 bone), amide ($-\text{CONHR}''$ avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone), uréthane ($-\text{OCONHR}''$
 avec R'' ayant 2 à 12 atomes de carbone), urée ($-\text{NHCONHR}''$ avec R''
 ayant 2 à 12 atomes de carbone); et/ou éventuellement comprenant 1 à 3 hété-
 roatomes choisis parmi O, S et N; et/ou éventuellement substituée par 1 à 4 ato-
 30 mes d'halogènes, notamment de fluor et/ou par 1 à 3 radicaux hydroxy.

2. Composition selon la revendication 1, dans laquelle les composés répondent à
 la formule (I) dans laquelle :

- 1/
 35 - A représente un cycle hydrocarboné, saturé ou insaturé mais non aromatique,
 éventuellement ramifié, ayant 4 à 12 atomes de carbone, notamment 5 à 7 atomes
 de carbone, éventuellement substitué par les substituants ci-dessus cités et/ou
 éventuellement comprenant 1 ou plusieurs hétéroatomes et/ou éventuellement
 substituée par 1 ou plusieurs halogènes et/ou radicaux hydroxy;
 40 - R et R', identique ou différents, représentent un atome d'hydrogène ou une
 chaîne hydrocarbonée saturée ou insaturée, linéaire, ramifiée ou cyclique, de
 préférence saturée linéaire, comprenant 10 à 16 atomes de carbone, notamment
 12 à 14 atomes de carbone;

ou

2/

- A représente une chaîne hydrocarbonée saturée, linéaire ou ramifiée, ayant 2 à 18 atomes de carbone, notamment 3 à 12 atomes de carbone, éventuellement substituée par les substituants ci-dessus cités, et/ou éventuellement comprenant 1 ou plusieurs hétéroatomes et/ou éventuellement substituée par 1 ou plusieurs halogènes et/ou radicaux hydroxy;

- R et R', identique ou différents, représentent un atome d'hydrogène ou une chaîne hydrocarbonée saturée ou insaturée, linéaire, ramifiée ou cyclique, de préférence saturée linéaire, comprenant 12 à 20 atomes de carbone, notamment 14 à 18, voire 16, atomes de carbone;

ou encore

3/

- A représente un cycle aryle ou aralkyle ayant 4 à 12 atomes de carbone, notamment 5 à 8 atomes de carbone, éventuellement substitué par les substituants ci-dessus cités et/ou éventuellement comprenant 1 ou plusieurs hétéroatomes et/ou éventuellement substituée par 1 ou plusieurs halogènes et/ou radicaux hydroxy;

- R et R', identique ou différents, représentent un atome d'hydrogène ou une chaîne hydrocarbonée saturée ou insaturée, linéaire, ramifiée ou cyclique, de préférence saturée linéaire, comprenant 6 à 18 atomes de carbone, notamment 10 à 16 atomes de carbone.

3. Composition selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle :

- le radical A représente un radical divalent de type cyclohexylène, éthylène, propylène, isopropylène, butylène, isobutylène, pentylène, hexylène, dodécylène, dodécanylène, benzylène, phénylène, méthyl-phénylène, bis-phénylène ou naphthalène, et/ou
- les radicaux R et R' sont, indépendamment l'un de l'autre, choisis parmi les radicaux pentyle, hexyle, décyle, undécyle, dodécyle, pentadécyle, hexadécyle, heptadécyle, octadécyle, 3-dodécyloxypropionyle, 3-octadécyloxypropionyle, 3-dodécyloxy-pentyle, 3-octadécyloxy-pentyle, 11-hydroxyheptadécyle.

4. Composition selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle les composés de formule (I) sont choisis parmi les composés répondant à l'une des formules suivantes :

